

Stable magnetic dispersions for prodn. of recording media - by treating solvent, additives and-or binder with ion-exchanger contg. polar components of the dispersion, before adding to the dispersion

Patent number: DE4025558
Publication date: 1992-02-13
Inventor: SCHULZ HORST DIPL CHEM DR (DE); GERUM JOHANNES DIPL CHEM DR (DE); METZGER KARL-LUDWIG DIPL ING D (DE)
Applicant: BASF MAGNETICS GMBH (DE)
Classification:
- **International:** C09D5/23; G11B5/84
- **European:** G11B5/70M, G11B5/842
Application number: DE19904025558 19900811
Priority number(s): DE19904025558 19900811

Abstract of DE4025558

Process for prodn. of a magnetic recording medium (I), consisting of a non-magnetic base (II) on which is spread at least one magnetic dispersion contg. finely-divided magnetic pigments, polymeric binder and opt. other additives such as dispersants, wetting agents, plasticisers, lubricants, crosslinkers and accelerators, dissolved in organic solvents. Before addn. to the dispersion, the solvent and/or additives and/or binder is/are passed over ion exchanger(s) (III) which is/are fully loaded with polar gp.-contg. component(s) (IV) of the magnetic dispersion. (III) is pref. an anionic acidic or basic ion exchanger; the stability of the magnetic dispersion is routinely checked by measuring its zeta potential in organic solvent. (II) is, e.g. PET, PP, PC or CA film. Al foil, etc., and the dispersion is applied by reverse roller coating, etc.; (III) is a strongly basic ion exchanger (e.g. as described in DE-OS 3738256), Lewatit, Permutit (RTM), or a cationic exchanger; (IV) is, e.g. a poly-oxyethylene phosphate ester, dodecylphenylsulphonic acid, lecithin, alkylated fatty acid, Fe(acac)₃, polymeric binder with polar gps. (e.g. as described in DE 3718957 or EP 0112924), etc.; solvent is, e.g. THF, dioxan, MEK, toluene, etc.; pref. magnetic pigment is, e.g. needle-shaped particles of Fe or Fe/Co or Fe/Ni alloy 0.1-1 micron long; binder is, e.g. VC/VAC copolymer, polyvinyl formal, PU elastomer, epoxy resin, etc..
USE/ADVANTAGE - (I) is useful for the prodn. of audio and video recording tape, etc.. The process eliminates the adverse effect of inorganic ions, organic ions and water on the stability of the magnetic dispersion.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 40 25 558 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 40 25 558.1
㉑ Anmeldetag: 11. 8. 90
㉒ Offenlegungstag: 13. 2. 92

㉓ Int. Cl.⁵:
G 11 B 5/84
C 09 D 5/23
// C 09 D 17/00,
127/06, 129/04,
131/04, 127/08,
133/20, 129/14,
167/00, 175/04,
171/00, 163/00, B01 F
17/14, 17/16, 17/22,
17/42, 17/10, 17/34,
17/02, 17/12, B01 J
41/04

DE 40 25 558 A 1

㉔ Anmelder:
BASF Magnetics GmbH, 6800 Mannheim, DE

㉕ Erfinder:
Schulz, Horst, Dipl.-Chem. Dr., 8160 Miesbach, DE;
Gerum, Johannes, Dipl.-Chem. Dr., 8901
Stadtbergen, DE; Metzger, Karl-Ludwig, Dipl.-Ing.
Dr., 8029 Sauerlach, DE

㉖ Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Aufzeichnungsträgers

㉗ Die Stabilität einer magnetischen Dispersion, bestehend aus feinteiligen magnetischen Pigmenten, polymeren Bindemitteln, welche in organischen Lösungsmitteln gelöst sind sowie weitere Zusatzstoffe wie Dispergiermittel, Netzmittel und so weiter wird durch Vorhandensein von niedermolekularen stark polaren Ionen vermindert. Erfindungsgemäß werden diese Verunreinigungen dadurch entfernt, daß die organischen Lösungsmittel beziehungsweise die Zusatzstoffe, in den Lösungsmitteln gelöst, über einen Ionenaustauscher geschickt werden, welcher mit rezeptureigenen Zusätzen vollständig beladen ist. Weiterhin wurde gefunden, daß die Stabilität der magnetischen Dispersion durch den Verlauf des Zeta-Potentials im organischen Medium bestimmt wird.

DE 40 25 558 A 1

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Aufzeichnungsträgers, bestehend aus einem unmagnetischen Schichtträger und mindestens einer darauf gegossenen magnetischen Dispersion, welche feinteilige magnetische Pigmente sowie polymere Bindemittel, gegebenenfalls weitere Zusatzstoffe wie Dispergierhilfsmittel, Netzmittel, Weichmacher, Gleitmittel und Vernetzer und Vernetzungsbeschleuniger, welche in organischen Lösungsmitteln gelöst sind, enthält.

Bekanntlich werden an die Eigenschaften der magnetischen Aufzeichnungsträger hohe Anforderungen gestellt, sowohl was die mechanische Stabilität als auch die elektroakustischen Eigenschaften betrifft. Neben vielen anderen Parametern ist für ausreichende Tauglichkeit eine hohe Homogenität der Oberflächenbeschaffenheit der magnetischen Schicht unbedingte Voraussetzung. Zur Erzielung dieser Eigenschaften muß unter anderem eine geeignete Auswahl der polymeren Bindemittel, der Dispergatoren sowie der magnetischen Pigmente getroffen werden.

Zur Herstellung der Aufzeichnungsträger werden üblicherweise die feinteiligen magnetischen Pigmente mit den üblichen Zusatzstoffen, wie Dispergierhilfsmittel sowie gegebenenfalls nichtmagnetischen Füllstoffen und den in organischen Lösungsmitteln gelösten polymeren Bindemitteln in einer Dispergiereinrichtung, beispielsweise einer Topf- oder Rührwerkskugelmühle, zu einer Dispersion verarbeitet. Diese Dispersion wird anschließend mit Hilfe üblicher Beschichtungsmaschinen auf den Schichtträger aufgebracht.

Bei der Herstellung von magnetischen Aufzeichnungsträgern können unter anderem folgende Probleme auftreten.

A) Inhomogenitäten der Magnetschicht können verursacht werden durch Vorhandensein von unvollständig aufgeteilten Pigmentagglomeraten, durch Reagglomeration von ursprünglich monodispers aufgeteilten Pigmentpartikeln oder durch unterschiedlich starke Oberflächenbelegung der Pigmentteilchen, was außerdem zu einer verminderten Ausrichtbarkeit führt.

Durch intensive Mahlung der magnetischen Dispersion läßt sich der Anteil an primären Pigmentagglomeraten zwar weitgehend abbauen, durch unterschiedlich starke Verhakung beziehungsweise Versinterung der Pigmentagglomerate ist der leichter aufteilbare Pigmentanteil jedoch bereits stark übermahlen, ehe der versinterte Pigmentnadelanteil ausreichend zerkleinert ist.

Bei der Aufzeichnung von Videosignalen macht sich dieser Effekt deutlich bemerkbar, insbesondere bei hochdichter Aufzeichnung mit Grenzwellenlängen von 0,5 bis 1,0 μm . Eine monodisperse magnetische Dispersion ist somit eine unabdingbare Voraussetzung für die zunehmend geforderte Speicherkapazität und die erforderliche Zuverlässigkeit der Laufeigenschaften eines modernen magnetischen Mediums.

B) Magnetische Aufzeichnungsträger hoher Speicherdichte erhalten erst dann eine ausreichende Verschleißfestigkeit, wenn das eingesetzte Bindemittelsystem aus einem dreidimensional verknüpften Netzwerk aufgebaut ist. Häufig wird der Auf-

bau eines hochmolekularen Bindemittelnetzwerkes durch Zugabe von isocyanatgruppenhaltigen Verbindungen in die magnetische Dispersion angestrebt. Dabei ist mit einer Reihe von Nebenreaktionen zu rechnen, die in Konkurrenz zu der angestrebten Bindemittelverknüpfung stehen.

Dabei läuft die wichtigste Nebenreaktion mit der niedermolekularen Isocyanatkomponente mit dem Wasser ab, das über das magnetische Pigment, das polymere Bindemittel oder das Lösungsmittel in die magnetische Dispersion eingeschleppt wird. Im Vergleich zu den übrigen Reaktionspartnern des Isocyanates liegt das Wasser im molekularen Überschuß vor, verfügt aufgrund der kleinen Molekülgröße über eine hohe Beweglichkeit und hat zudem eine hohe Reaktivität. Bei einem Überschuß von Wasser reagiert die Vernetzungskomponente zu einem Polyharnstoffgerüst ab, ohne das polymere Bindemittel miteinzubeziehen und verbessert dadurch zwar den Elastizitätsmodul der magnetisierbaren Schicht, ohne jedoch eine Verringerung der Abriebsneigung oder eine Verbesserung der Lösungsmittefestigkeit zu bewirken.

C) Im Produktionsbetrieb wird die magnetische Dispersion in einem Maßstab von mehreren Tausend Litern aus den oben genannten Grundstoffen hergestellt, als Stammlösung gelagert, wobei die Mischung der Bestandteile ganz oder teilweise im Disperser gemischt und später feingemahlen und feindispersiert wird. Aus mahltechnischen Gründen wird häufig ein Teil der Bindemittel, Gleitmittel und anderer Zusätze in einem zweiten Arbeitsgang zugegeben und innig vermischt. Häufig wird bei der Vermischung oder bei längeren Standzeiten der magnetischen Dispersion eine Vergröberung der Partikelverteilung beobachtet, die nur durch erneute intensive Dispergierung rückgängig zu machen ist. Bei dieser Reagglomeration ist eine Veränderung der Viskosität zu niedrigeren Werten, eine Abnahme des Mr/Ms-Wertes und häufig eine Sedimentation zu beobachten. Vorzugsweise wird dieser Effekt beobachtet, wenn zur Herstellung der magnetischen Dispersion ein Lösemittel verwendet wurde, welches bei der Trocknung im Fabrikationsprozeß rückgewonnen wurde. Lösemittelnrückgewinnung ist aus Umweltschutz- und Wirtschaftlichkeitsgründen ein zunehmend übliches Verfahren bei der Herstellung von magnetischen Aufzeichnungsträgern. Um rechtzeitig reagieren zu können, ist eine Messung beziehungsweise Beobachtung dieser drei eben genannten Größen erforderlich, was jedoch einen erheblichen Aufwand darstellt. Mit weniger Aufwand läßt sich der Dispersionsgrad mit der in der DE 37 31 804 beschriebenen Vorrichtung kontinuierlich messen.

Zur Behebung dieser Probleme existieren einige Vorschläge. Die unter A) aufgeführte Schwierigkeit wird in der Anmeldung P 39 05 910 der Anmelderin dadurch zu lösen versucht, indem die bei der Feindispersierung der magnetischen Pigmente neu entstehenden freien Oberflächen kontinuierlich mit einem Dispergierhilfsmittel belegt werden.

Die unter B) genannte Schwierigkeit wird beispielsweise dadurch zu beheben versucht, indem das Bindemittel durch chemische Gruppen modifiziert wird, welche von der Wasserreaktion unabhängig sind oder in-

dem entsprechende Vernetzer eingesetzt werden, wie in der DE-OS 36 43 458 der Anmelderin vorgeschlagen.

Für die unter C) genannten Probleme existiert noch kein befriedigender Lösungsvorschlag, weshalb die Aufgabe bestand, ein Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Aufzeichnungsträgers und dabei besonders einer stabilen magnetischen Dispersion und gleichzeitig möglichst eine Kontrolle der Stabilität beziehungsweise des stabilen Zustands zu finden.

Erfindungsgemäß wurde die Aufgabe gelöst mit einem Verfahren mit den im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 genannten Merkmalen. Weitere Einzelheiten der Erfindung gehen aus den Unteransprüchen und der Beschreibung hervor.

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß

- a) gefunden wurde, daß niedermolekulare stark polare anorganische oder auch organische Ionen sowie Wasserionen eine negative Wirkung auf die Stabilität der magnetischen Dispersion ausüben
- b) diese negative Wirkung dadurch eliminiert wird, daß diese Ionen von geeigneten Ionenaustauschern abgefangen werden, welche vollständig mit Rezepturbestandteilen der Dispersion beladen sind, ausgewählt aus Verbindungen mit polaren Gruppen,
- c) indem außerdem die Stabilität der magnetischen Dispersion durch Messung des Zeta-Potentials laufend eingestellt und kontrolliert wird.

Durch Untersuchungen wurde festgestellt, daß die in der magnetischen Dispersion befindlichen Rohstoffe teilweise durch niedermolekulare organische oder anorganische Bestandteile verunreinigt sind, wobei diese bewegliche oder polare Ionen, vorwiegend Anionen, enthalten. Daher mußte ein Weg gesucht werden, diese Ionen zu binden und damit unschädlich zu machen, was durch das erfindungsgemäße Verfahren in vollkommener Weise geschaffen wurde.

Die erfindungsgemäß verwendeten Austauscher, anionische oder kationische Austauscher, sind vollständig, wie weiter unten geschildert mit Rezepturbestandteilen beladen, welche langkettige und weniger polare Ionen enthalten und dadurch dispersionsstabilisierend wirken. Werden nun beispielsweise die in dem organischen Lösungsmittel vorhandenen Verunreinigungen über einen solchen Austauscher geschickt, so lagern sie sich an diesem an und verdrängen die rezeptureigenen Bestandteile, welche in Lösung gehen. Das auf diese Weise gereinigte Lösungsmittel kann nun zur Herstellung von magnetischen Dispersionen verwendet werden.

Ebenso ist es möglich, die oben erwähnten Zusatzstoffe für die magnetische Dispersion in dem organischen Lösungsmittel zu lösen und wie oben geschildert zu reinigen, worauf sie eingesetzt werden können. Gleiches gilt für die Bindemittellösungen.

Bei Stammlösungsbetrieb können durch Zersetzung niedermolekulare Bestandteile entstehen. Diese können beseitigt werden, indem beispielsweise die in den Behältern befindlichen Lösungen über eine Bypass-Leitung ständig über einen entsprechenden Austauscher bestehend aus organischen oder anorganischen Gerüstbausteinen, auf denen die aktiven Gruppen lokalisiert sind geschickt werden, um die genannten Verunreinigungen zu entfernen.

Als Austauscher sind, je nach dem ob saure oder alkalische Ionen als Verunreinigungen vorliegen, entsprechend alkalische oder saure anionische Austauscher, welche aus dem Stand der Technik bekannt sind, ein-

setzbar. Beispielsweise ist ein stark alkalischer Austauscher, wie er in der DE-OS 37 38 256 der Anmelderin beschrieben ist, zur Eliminierung von Ionen mit Säureresten geeignet. Austauscher im niedrigen pH-Bereich sind beispielsweise Lewatite, Austauscher auf anorganischer Grundlage sind die Permutite.

Kationische Verunreinigungen können analog mit kationischen Austauschern, die ebenfalls aus dem Stand der Technik bekannt sind, entfernt werden.

Beispiele für rezeptureigene Zusatzstoffe mit polaren Gruppen, mit welchen ionische Austauscher beladen sein können, sind Polyoxyethylenphosphorsäureester (Gafac), weiterhin 1,4-Dodecylphenylsulfonsäure, Lecithin oder weitere beispielsweise in der DE-AS 22 50 384 und in der Anmeldung P 39 05 910 der Anmelderin beschriebene Dispergatoren. Ebenso sind auch beispielsweise alkylierte oder arylierte Fettsäuren geeignet sowie Vernetzungsbeschleuniger wie Fe-acetylacetonat. Weiterhin sind geeignet polymere Bindemittel mit polaren Gruppen, beispielsweise Polyurethane oder Vinylpolymere, welche unter anderem in der DE 37 18 957 oder in der EP 01 12 924 beschrieben sind.

Zur Bestimmung beziehungsweise Kontrolle der Stabilität einer Dispersion ist das Zeta-Potential geeignet. In der Publikation "Progress in Organic Coatings, 2 (1973/74), Seite 81 bis 91, ist die Bestimmung des Zeta-Potentials in nichtwässrigen Medien als Stabilitätskriterium beschrieben. Inzwischen existieren kommerzielle Geräte zur Messung des Zeta-Potentials auch bei sehr kleinen Teilchen wie beispielsweise der Malvern-Zetasiizer II, mit dem es möglich ist, eine magnetische Dispersion in organischer Phase zu messen. Wegen weiterer Einzelheiten sei auf die genannten Publikationen beziehungsweise Druckschriften der Firma Malvern verwiesen.

Bevor an Beispielen die Erfindung näher erläutert wird, werden nachfolgend die zur Herstellung der magnetischen Dispersion geeigneten Zusätze im einzelnen beschrieben.

Als Lösemittel können alle zur Lösung der ausgewählten Bindemittel tauglichen Flüssigkeiten verwendet werden. Beispiele sind Tetrahydrofuran, Dioxan, Cyclohexanon, Methyl-Ethyl-Keton, Toluol, Methyl-Isobutylketon und andere, gegebenenfalls auch in Kombination miteinander.

Die Auswahl der eingesetzten Dispergierhilfsmittel beziehungsweise dispersionsstabilisierenden Substanzen erfolgt aus der Vielzahl bekannter oberflächenaktiver Verbindungen, wie zum Beispiel Lecithin, Cephalin, Fettsäureamine oder -diamine, Fettsäureamide oder -diamide, Fettsäuren beziehungsweise deren Ammoniumsalze, ethoxylierte Fettsäurederivate, aliphatische oder aromatische gegebenenfalls ethoxylierte Phosphorsäureester, Sulfobernsteinsäureester, Sorbitan-Ester, aliphatische oder aromatische Sulfonsäuren oder Sulfonate, Fettalkoholsulfate und andere mehr.

Als magnetisches Pigment werden bevorzugt nadel-förmige Teilchen aus Eisen oder einer Eisenlegierung wie Eisencobalt oder Eisennickel mit einer durchschnittlichen Teilchenlänge von 0,1 – 1,0 µm und einem Verhältnis der Längs- zu Querachse von etwa 1 : 10 eingesetzt.

Als Bindemittel für die Dispersion des magnetischen Pigmentes können die für die Herstellung von Magnet-schichten üblichen Bindemittel eingesetzt werden wie Copolymere aus Vinylchlorid, Vinylacetat und Vinylal-kohol, Copolymere aus Vinylidenchlorid und Acrylnitril, Polyvinylacetale wie Polyvinylformale, Polyester/Pol-

urethane, Polyurethan- oder Polyetherelastomere, Phenoxy- oder Epoxiharze, ebenso wie deren Mischungen. Diese Bindemittel können, wie bereits angeführt, polare Gruppen haben.

Das magnetische Pulver wird in einer geeigneten Menge Lösemittel, einer geeigneten Menge eines Dispergierhilfsmittels und einer Bindemittelmischung intensiv vermischt und einer Vordispersierung unterzogen, was zum Beispiel an einem Dissolver, einem Knetter, einer Kolloidmühle, einer Kugelmühle oder anderen hochscherenden Aggregaten durchgeführt werden kann.

Die zweite Stufe der Dispersierung erfolgt nun beispielsweise in einer Perlmühle, deren Mahlintensität durch Variation der Mahlkörpergröße und -füllung, die Drehzahl und Lackdurchsatz gesteuert werden kann.

Um eine möglichst enge Pigmentverteilungsbreite zu erhalten wird vorzugsweise die magnetische Dispersion in mehreren Passagen von einem ersten Vorratsgefäß über eine oder mehrere beispielhaft genannte Perlmühlen in ein zweites Vorratsgefäß gefahren.

Nach Abschluß dieser Feindispersierstufe werden gegebenenfalls die restlichen Bindemittelanteile oder Additive der magnetischen Dispersion zugemischt.

Die anschließende Beschichtung des unmagnetischen Schichtträgers mit der Magnetdispersion erfolgt entsprechend dem Stand der Technik zum Beispiel mittels Reverse-Roll-Coater, Rasterdruck- oder Extrudergießber.

Als Schichtträger können Folien aus Polyester, wie Polyethylenterephthalat, Polyolefine, wie Polypropylen, Cellulosederivate wie Triacetat, Polycarbonate oder starre Schichtträger aus nichtmagnetischen Metallen wie Aluminium, oder keramische Materialien eingesetzt werden. Die weitere Bearbeitung der beschichteten Materialien, wie die Oberflächenglättung durch Kalandern, Schneiden und Konfektionieren, erfolgt in bekannter Weise.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert. Einer Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung eines magnetischen Aufzeichnungsträgers liegt folgende Rezeptur zugrunde:

Rezeptur A

737 Teile nadelförmiges CrO₂ mit 39,8 kA/m Koerzitivkraft wurden zusammen mit 25 Teilen Vinylidenchlorid/Acrylnitril-Mischpolymerisat, 23 Teilen Lecithin, 580 Teilen Tetrahydrofuran und 209 Teilen Cyclohexanon als Lösungsmittel dispergiert und zu einer Bindemittellösung, bestehend aus 27 Teilen Vinylidenchlorid/Acrylnitril-Mischpolymerisat, 106 Teilen Polyesterurethan in 534 Teilen Tetrahydrofuran und 200 Teilen Cyclohexanon zugegeben. Die so hergestellte Dispersionscharge wurde in einem Gefäß 6 Stunden mit einem Turbomixer vordispersiert, in ein Zwischengefäß gepumpt und aus diesem kontinuierlich durch eine Reihe von sieben aufeinanderfolgenden Rührwerkskugelmühlen zur Feindispersierung gepumpt, welche jeweils 125 l Volumen hatten und mit Keramik-Mahlkörpern von 1 bis 1,5 mm Durchmesser zu 80% gefüllt waren. Die Verweilzeit in jeder Mühle betrug 25 Minuten. Danach wurde die feindispersierte Dispersion durch ein Filter mit 1 µm Probenweite gepreßt, mit 4 Teilen Fettsäure, 9 Teilen Butylstearat und 15 Teilen einer 75%igen Lösung in Ethylacetat eines Diisocyanat-Vernetzers (Desmodur L der Bayer AG) mit 0,2 Teilen Eisenacetylacetonat gemischt

und in einem Extrudergießber auf eine 8 µm PET-Folie mit einer Trockenschichtdicke von 3 µm vergossen, im Magnetfeld ausgerichtet, getrocknet und kalandriert.

Beispiel 1

Die magnetische Dispersion wurde wie oben geschildert hergestellt, dabei wurden die beiden Lösungsmittel Tetrahydrofuran und Cyclohexanon mehrfach über einen anionischen Austauscher, welcher ein Styroldivinylbenzolharz mit Trimethylammoniumgruppen besitzt, geschickt. Dieser Austauscher war völlig mit Reinlecithin belegt.

Beispiel 2

Verfahren wurde wie in Beispiel 1; diesmal wurde jedoch ein Styrolvinylbenzolharz mit sauren Gruppen verwendet, der mit Reinlecithin belegt war.

Beispiel 3

Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren, jedoch wurde zusätzlich die oben genannte Bindemittellösung über den im Beispiel 1 genannten Ionenaustauscher vor Vereinigung der beiden Teile viermal durchgepumpt.

Beispiel 4

In der Rezeptur A wurden die 23 Teile Lecithin durch 15 Teile technisch gewonnener 1,4-Dodecylvinylsulfonsäure ersetzt, sonst wurde wie im Beispiel 1 verfahren.

Beispiel 5

Verfahren wurde wie in Beispiel 4 beschrieben, jedoch war vorher die technisch gewonnene 1,4-Dodecylvinylsulfonsäure vorher gereinigt worden wie in der Anmeldung DE-OS 37 38 286 beschrieben. Zusätzlich wurden die Lösungsmittel des ersten und zweiten Teils über einen Ionenaustauscher des in Beispiel 1 genannten Typs geschickt, welcher vollständig mit der gereinigten Sulfonsäure beladen war.

Beispiel 6

In der Rezeptur A wurde das Vinylidenchlorid/Acrylnitril-Mischpolymerisat durch gleiche Teile eines Vinylchloridharzes mit 2 Gew.% SO₃-Gruppen ersetzt, ansonsten wurde wie in Beispiel 3 verfahren.

Beispiel 7

Das Polyesterurethan der Rezeptur A wurde durch ein Polyurethan mit SO₃-Gruppen und einem Molekulargewicht von 25 000 ersetzt, sonst wurde wie in Beispiel 3 verfahren.

Rezeptur B

Eine Metallpulverrezeptur wurde zusammengestellt bestehend aus 686 Teilen nadelförmiges Metallpulver (Fe/Ni-Legierung mit einer Koerzitivkraft von 120 kA/m und einem BET-Wert von 48 m²/g) wurden zusammen mit 30 Teilen Polyesterurethan, 8 Teilen Nitrocellulose, die vorher in 100 Teilen Tetrahydrofuran gelöst waren, 13 Teilen Myristinsäure sowie 15 Teilen Polyiminpolyester als Dispergierhilfsmittel, 29 Teilen

Al₂O₃ in 700 Teilen THF und 533 Teilen Toluol dispergiert. Diese Dispersion wurde zu einer Bindemittelösung, bestehend aus 106 Teilen Polyesterurethan in 700 Teilen Tetrahydrofuran und 487 Teilen Toluol zugegeben. Die weitere Behandlung war wie bei der Rezeptur A geschildert.

Beispiel 8

Die Lösungsmittelkondensate Tetrahydrofuran und Toluol für die Rezeptur B wurden über einen anionischen Austauscher des in Beispiel 2 genannten Typs geschickt, welcher vollständig mit Myristinsäure beladen war.

Beispiel 9

Es wurde wie in Beispiel 8 verfahren, zusätzlich wurde die Bindemittelösung der Rezeptur B über den anionischen Austauscher aus Beispiel 8 geschickt.

Beispiel 10

Die Rezeptur B wurde insofern abgeändert, als die Myristinsäure und der Polyiminpolyester ersetzt wurden durch 37 Teile N-Talgfett-Trimethyldiaminoleat (Duomen TDO), gelöst in 1500 Teilen Toluol. Die in Beispiel 5 genannten Lösungsmittel wurden über einen sauren Ionenaustauscher geschickt, welcher mit dem genannten Duomen vollständig beladen war.

Beispiel 11

Es wurde wie in Beispiel 10 verfahren, jedoch wurde zusätzlich die Bindemittelösung über den in Beispiel 10 genannten ionischen Austauscher geschickt.

Bei allen genannten Beispielen wurde die Stabilität der magnetischen Dispersion durch Messung des Zeta-Potentials kontrolliert, wobei die Reinigung der genannten Zusätze durch den Ionenaustauscher solange durchgeführt wurde, solange sich der Wert des Zeta-Potentials noch änderte.

Vergleichsbeispiel 1

Die Rezeptur A wurde hergestellt, jedoch wurden die Lösemittelkondensate Tetrahydrofuran und Cyclohexanon nicht wie in den Beispielen 1 bis 7 beschrieben gereinigt, auch wurden die Bindemittelösungen des zweiten Teils nicht wie in den Beispielen 3, 9 und 11 beschrieben, behandelt.

Vergleichsbeispiel 2

Die Rezeptur B wie oben angegeben wurde hergestellt, jedoch fand keine Reinigung der Lösemittelkondensate beziehungsweise der Bindemittelösungen oder der verwendeten Dispergatoren statt.

Als Resultat der Versuchsbeispiele sowie der Vergleichsbeispiele wurde festgestellt, daß die magnetische Dispersion gemäß den Beispielen 1 bis 11 eine völlig ausreichende Stabilität hatte, auch beim längeren Umpumpen beziehungsweise Stehenlassen. Die damit hergestellten magnetischen Aufzeichnungsträger hatten hervorragende elektroakustische und mechanische Eigenschaften.

Dagegen waren die nach den Vergleichsbeispielen 1 und 2 hergestellten magnetischen Dispersionen instabil,

erkennbar an Absinken der Viskosität sowie an vermehrter Agglomeration. Die damit hergestellten magnetischen Aufzeichnungsträger hatten eine raue Oberfläche und besaßen einen zu niedrigen Br/Bs-Wert, die farbmétrischen Kennzahlen der Dispersion zeigten mit fortschreitender Mahldauer einen unregelmäßigen Verlauf.

Dabei wurden gemessen

- der Br/Bs-Wert,
- die Viskosität,
- die Rauigkeit,
- der Oberflächenglanz,
- der Dispergiergrad mittels farbmétrischer Kennzahlen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines magnetischen Aufzeichnungsträgers, bestehend aus einem unmagnetischen Schichtträger und mindestens einer darauf gegossenen magnetischen Dispersion, welche feinteilige magnetische Pigmente sowie polymere Bindemittel, gegebenenfalls weitere Zusatzstoffe wie Dispergierhilfsmittel, Netzmittel, Weichmacher, Gleitmittel, Vernetzer und Vernetzungsbeschleuniger, welche in organischen Lösungsmitteln gelöst sind, enthält, **dadurch gekennzeichnet**, daß die zur Herstellung der magnetischen Dispersion benötigten Lösungsmittel und/oder Zusatzstoffe und/oder Bindemittel vorwiegend vor der Zugabe zur Dispersion über mindestens einen Ionenaustauscher geschickt werden, welcher mit mindestens einem Bestandteil der magnetischen Dispersion vollständig beladen ist und wobei der Bestandteil polare Gruppen enthält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ionenaustauscher ein anionischer saurer oder basischer Austauscher ist.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Stabilität der magnetischen Dispersion laufend durch Messung ihres Zeta-Potentials im organischen Lösungsmittel kontrolliert wird.

— Leerseite —